

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-316047

(43)公開日 平成9年(1997)12月9日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 305/02		7419-4H	C 0 7 C 305/02	
B 0 1 F 3/08			B 0 1 F 3/08	Z
	7/16			F
B 0 1 J 19/18			B 0 1 J 19/18	
C 0 7 B 45/02		7419-4H	C 0 7 B 45/02	
審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 6 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平8-138524

(22)出願日 平成8年(1996)5月31日

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 石橋 弘

大阪府大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住友化学工業株式会社内

(72)発明者 吉越 一美

大阪府大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住友化学工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

(54)【発明の名称】 アルコール化合物の硫酸エステル化方法

(57)【要約】

【課題】 アルコール化合物を硫酸エステル化剤を用いて攪拌機で攪拌し、副生する水を留去させながら反応させる硫酸エステル化方法において、工業的にも有利な方法を提供すること。

【解決手段】 下記式で算出される反応液の表面更新速度Sを0.1 ～1.5m²/secの範囲の値に、レイノルズ数を1～10⁵ の範囲の値に各々設定すること。

【数1】

$$S=8.2 \cdot 10^{-3} \cdot N_p \cdot N \cdot d^3 \cdot D^2 \cdot V^{-1} \quad (I)$$

〔式中、S：表面更新速度、N：攪拌速度、d：攪拌翼の径、V：反応液量、D：反応容器の径、N_p：動力数〕

【特許請求の範囲】

【請求項1】アルコール化合物と硫酸エステル化剤とを反応容器内で攪拌機を用いて攪拌し、副生する水を留去させながら反応させる硫酸エステル化方法であって、下記数式(I)で算出される反応液の表面更新速度が $0.1 \sim *$

$$S = 8.2 \cdot 10^{-3} \cdot N_p \cdot N \cdot d^3 \cdot D^2 \cdot V^{-1} \quad (I)$$

〔式中、Sは反応液の表面更新速度(m^2/sec)、 N_p は動力数、Nは攪拌速度(r.p.m)、dは攪拌機の翼の径(m)、Dは反応容器の径(m)、Vは反応液の量(m^3)を表す。〕

【請求項2】硫酸エステル化が、有機溶媒の不存在下に行われる請求項1に記載の方法。

【請求項3】硫酸エステル化が、減圧条件で行われる請求項2に記載の方法。

【請求項4】攪拌機の翼が、インペラー翼である請求項1～3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】インペラー翼が、3枚インペラー後退翼である請求項4に記載の方法。

【請求項6】反応容器が、その縦方向にさらに、バッフルを取り付けたものである請求項1～5のいずれかに記載の方法。

【請求項7】アルコール化合物が、アミノアルコール類である請求項1～6のいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アルコール化合物の硫酸エステル化方法に関し、詳しくは、アルコール化合物と硫酸エステル化剤とを有機溶媒の存在下又は不存在下に、反応容器内で攪拌機で攪拌し、副生する水を留去させながら硫酸エステル化反応させる方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】アルコール化合物を硫酸、発煙硫酸等を用いて硫酸エステル化反応させる方法は公知である。硫酸エステル化は平衡反応であるから、副生する水を反応系外へ除去するか、又は副生する水が反応系内で消費さ※

$$S = 8.2 \cdot 10^{-3} \cdot N_p \cdot N \cdot d^3 \cdot D^2 \cdot V^{-1} \quad (I)$$

【0007】〔式中、Sは反応液の表面更新速度(m^2/sec)、 N_p は動力数、Nは攪拌速度(r.p.m)、dは攪拌機の翼の径(m)、Dは反応容器の径(m)、Vは反応液の量(m^3)を表す。〕

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明で用いられるアルコール化合物としては、硫酸及び発煙硫酸等の硫酸エステル化剤によりエステル化される化合物が挙げられる。

【0009】具体的には、例えば一般式(2)



〔式中、R'は炭素数4以上のアルキル基、アミノ基で置換された全炭素数4以上のアルキル基、置換アミノ基★50

* $1.5 m^2/sec$ の範囲であること及び攪拌レイノルズ数が $1 \sim 10^5$ の範囲であることを特徴とするアルコール化合物の硫酸エステル化方法。

【数1】

※れないと、一般的には反応が進行しないものである。このような理由で、アルコール化合物を有機溶媒の存在下に硫酸等を用いて副生する水を留去させながら反応させる方法が試みられている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、硫酸エステル化剤とアルコール化合物や有機溶媒とは互いに密度や粘度等の物性値が大きく異なるものであり、特に有機溶媒の不存在下に減圧条件で水を反応系外へ留去させながら硫酸エステル化反応させるときは、反応液の表面層は所望の減圧度になっても、反応液の中央層や下層は所望の減圧度にならず、反応の進行が遅くなるという問題点がある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記の問題点等を解決すべく鋭意研究した結果、特定の反応条件、即ち反応液の表面更新速度及び攪拌レイノルズ数が各々特定の範囲にあるときに、反応が妨げられず有利に進行することを見だし、更に種々検討して本発明を完成した。

【0005】即ち、本発明は、アルコール化合物と硫酸エステル化剤とを反応容器内で攪拌機を用いて攪拌し、副生する水を留去させながら反応させる硫酸エステル化方法であって、下記数式(I)で算出される反応液の表面更新速度が、 $0.1 \sim 1.5 m^2/sec$ の範囲であること及び攪拌レイノルズ数が $1 \sim 10^5$ の範囲であることを特徴とするアルコール化合物の硫酸エステル化方法である。

【0006】

【数2】

(I)

★で置換された全炭素数4以上のアルキル基、全炭素数4以上のアミノアルキルスルホニルアルキル基、全炭素数4以上のアミノアルキルチオアルキル基、全炭素数5以上のアミノアルキルカルボニルアルキル基、全炭素数4以上の置換アミノアルキルスルホニルアルキル基、全炭素数4以上の置換アミノアルキルチオアルキル基、全炭素数5以上の置換アミノアルキルカルボニルアルキル基、全炭素数8以上のモルホリノアルキルスルホニルアルキル基、全炭素数9以上のモルホリノアルキルカルボニルアルキル基、全炭素数8以上のピペラジノアルキルスルホニルアルキル基、全炭素数9以上のピペラジノアルキルカルボニルアルキル基、全炭素数9以上の置換ピペラジノアルキルスルホニルアルキル基、全炭素数10以

上の置換ピペラジノアルキルカルボニルアルキル基、全炭素数7以上のアミノフェニルスルホニルアルキル基、全炭素数8以上のアミノフェニルカルボニルアルキル基、全炭素数8以上の置換アミノフェニルスルホニルアルキル基、全炭素数9以上の置換アミノフェニルカルボニルアルキル基、アミノフェニルスルホニルベンジル基、アミノフェニルカルボニルベンジル基、全炭素数14以上の置換アミノフェニルスルホニルベンジル基、全炭素数15以上の置換アミノフェニルカルボニルベンジル基、全炭素数8以上のアミノアルキルスルホニルベンジル基、全炭素数9以上のアミノアルキルカルボニルベンジル基、全炭素数8以上の置換アミノアルキルスルホニルベンジル基、全炭素数9以上の置換アミノアルキルカルボニルベンジル基、全炭素数3以上のアルキルスルホニルアミノアルキル基、全炭素数4以上のアルキルカルボニルアミノアルキル基、全炭素数4以上のアルキルスルホニル置換アミノアルキル基、全炭素数5以上のアルキルカルボニル置換アミノアルキル基、全炭素数8以上のフェニルスルホニルアミノアルキル基、全炭素数9以上のフェニルカルボニルアミノアルキル基、全炭素数9以上のフェニルスルホニル置換アミノアルキル基、全炭素数10以上のフェニルカルボニル置換アミノアルキル基、全炭素数9以上のアルキルスルホニルアミノベンジル基、全炭素数10以上のアルキルカルボニルアミノベンジル基、全炭素数10以上のアルキルスルホニル置換アミノベンジル基、全炭素数11以上のアルキルカルボニル置換アミノベンジル基、全炭素数14以上のフェニルスルホニル置換アミノベンジル基、フェニルカルボニルアミノベンジル基、全炭素数15以上のフェニルカルボニル置換アミノベンジル基、フェニルカルボニルアミノベンジル基、全炭素数6以上のアルキルカルボニルアミノアルキルアミノアルキル基、全炭素数8以上のアルキルカルボニル置換アミノアルキル置換アミノアルキル基、炭水化物残基又はステロイド環残基であり、これらの基のアルキルはハロゲン、ヒドロキシ基、スルファート基、カルボキシ基、シアノ基又はスルホ基により置換されていてもよく、 $-O-$ 、 $-NR''-$ （ここで、 R'' は水素又は炭素数4以下のアルキル基を表す。）を含んでいてもよく、上記置換アミノの置換基は炭素数4以下のアルキル基、全炭素数5以下のアルキルカルボニル基、ベンジル基、置換されていてもよいフェニル基、ベンゾイル基、全炭素数14以下のヒドロキシメチルフェニルスルホニルアルキル基、全炭素数15以下のヒドロキシメチルカルボニルアルキル基、全炭素数15以下のヒドロキシアルキルスルホニルフェニル基、全炭素数16以下のヒドロキシアルキルカルボニルフェニル基、ヒドロキシメチルフェニルスルホニルフェニル基、ヒドロキシメチルフェニルカルボニルフェニル基、全炭素数16以下のヒドロキシアルキルカルボニルアルキル基又は全炭素数15以下のヒドロキシアルキルスルホニルアルキル基であり、当

該アミノの置換基の末尾のアルキルはハロゲン、ヒドロキシ基、スルファート基、カルボキシ基、シアノ基又はスルホ基により置換されていてもよく、 $-O-$ 、 $-NR''-$ を含んでいてもよい。但し、 R' がその構造中に置換又は無置換のアミノ基を含む場合は、当該アミノ基はN-アセチル化されていてもよい。〕で示される化合物等が好ましく使用される。

【0010】一般式(2)で示される化合物が分子構造中に $-OH$ 以外に、置換又は無置換のアミノ基を含むアミノアルコール類である場合、当該アミノアルコール類は、遊離アミンでもよく、硫酸塩等の鉍酸塩を用いてもよい。又、これらのアミノアルコール類は、 $NaCl$ 、 Na_2SO_4 等の無機塩を含んでいてもよい。ここで、アミノアルコール類のアミノ基がN-アセチル化されている場合、アセチルアミノ基の加水分解により副生する酢酸を水と共に反応系外へ除く必要がある。

【0011】本発明のエステル化方法においては、アルコール化合物は含水状態又は乾燥状態のものが使用される。

【0012】本発明方法は有機溶媒の存在下又は不存在下に行われる。有機溶媒としては水と混合したときに分液することができ、硫酸エステル化剤に対して不活性であり且つ少なくとも水と共に留去できる性質を有する疎水性有機溶媒が好ましい。このような有機溶媒としては、例えば、シクロヘキサン、ヘプタン及びオクタン等の脂肪族炭化水素類や、ベンゼン、トルエン、キシレン及びソルベントナフサ等の芳香族炭化水素類や、ジクロロエタン、トリクロロエタン、ジクロロプロパン、トリクロロエチレン、テトラクロロエタン、パークロロエチレン、クロロベンゼン及びジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類や、ニトロベンゼン等のニトロ化炭化水素類やメチルイソブチルケトン等のケトン類等が挙げられる。殊に減圧条件で水と共沸組成を有する溶媒、例えばトルエンやキシレンのような芳香族炭化水素類、ジクロロエタン等のハロゲン化炭化水素類等が好ましい。有機溶媒の使用量はアルコール化合物に対して好ましくは0.1～10倍重量であり、特に好ましくは0.1～5倍重量である。

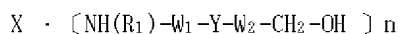
【0013】本発明で用いられる硫酸エステル化剤としては、例えば硫酸、発煙硫酸等が挙げられる。硫酸の濃度は特に制限されないが、好ましくは20～100%、より好ましくは40～98%の濃度に調整される。発煙硫酸を用いる場合、その SO_3 濃度は30%以下が好ましい。又、硫酸と発煙硫酸とを併用してもよい。硫酸エステル化剤の使用量は100%硫酸換算で、アルコール化合物のヒドロキシ基1個当りの理論量に対して通常1.01倍当量以上使用される。又、アルコール化合物が複数のヒドロキシ基を有する場合は、硫酸エステル化剤をヒドロキシ基1個当りの理論量未満の量を使用することにより、一部のヒドロキシ基が変換されないで残存した硫酸エステル化

5

合物も製造することができる。

【0014】本発明の方法において、アルコール化合物、硫酸エステル化剤及び必要に応じて使用される有機溶媒の仕込み順序は特に制限されない。

*

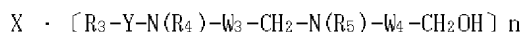


〔式中、 W_1 及び W_2 は同一又は相異なつて、フェニレン基を表すか、或いはハロゲン原子、ヒドロキシ基、スルファート基、カルボキシ基、シアノ基又はスルホ基で置換されていても良く、 $-O-$ 又は $-NR_2-$ (ここで、 R_2 は水素原子又は炭素数4以下のアルキル基を表す。)を含んでい



※基を表し、 R_1 は水素原子、炭素数4以下のアルキル基、全炭素数5以下のアルキルカルボニル基、ベンジル基、ベンゾイル基又は $-W_1-Y-W_2-CH_2-OH$ の基を表し、 X は H_2SO_4 又は HCl を表し、 Y は $-S-$ 、 $-CO-$ 又は $-SO_2-$ を表し、 n は1又は2を表す。〕

又は一般式(4)



(4)

〔式中、 X 、 Y 及び n は前記と同じ意味を表し、 R_3 及び R_5 は同一又は相異なつて、フェニル基を表すか、或いはハロゲン原子、ヒドロキシ基、スルファート基、カルボキシ基、シアノ基又はスルホ基で置換されていても良く、 $-O-$ 又は $-NR_2-$ (ここで、 R_2 は前記と同じ意味を表す。)を含んでいてもよい直鎖状又は分岐状の炭素数1〜7のアルキル基を表し、 R_4 は水素原子、炭素数4以下のアルキル基、全炭素数5以下のアルキルカルボニル基又はベンゾイル基を表し、 W_3 及び W_4 は同一又は相異なつて、フェニレン基を表すか、或いはハロゲン原子、ヒドロキシ基、スルファート基、カルボキシ基、シアノ基又はスルホ基で置換されていても良く、 $-O-$ 又は $-NR_2-$ を含んでいてもよい直鎖状又は分岐状の炭素数1〜7のアルキレン基を表す。〕で示されるアミノアルコール化合物であるときは、50〜200℃の温度範囲が好ましく、70〜150℃の温度範囲がより好ましい。

【0016】副生する水や酢酸の反応系外への留去は、通常は大気圧又は減圧下に攪拌することにより行われるが、減圧下に攪拌することがより好ましい。又、減圧下に攪拌する場合には少量の消泡剤を反応系に加えてもよい。

【0017】反応容器としては通常、円筒形のものが使用される。又、その底部は通常、反応混合物の取り出しを容易にする為に先細状に傾斜しているものが好ましい。攪拌翼としてはアンカー翼、パドル翼付アンカー翼、平型パドル翼、傾斜型パドル翼、高粘度用パドル翼及びインペラー翼等が挙げられ、中でも平型パドル翼、傾斜型パドル翼、高粘度用パドル翼及びインペラー翼が好ましく用いられる。工業的規模で本発明を実施する場合に、反応容器、回転軸及び攪拌翼等の反応系液相に接触する部分は通常ガラスで被覆されていることから、特に好ましい攪拌翼としては、インペラー翼殊に3枚インペラー後退翼が挙げられる。上記の攪拌翼は、例えば、「新しい攪拌技術の実際」(株式会社 技術情報協会1989年7月15日発行)の27頁等に記載されている。

【0018】本発明の方法において、縦方向にバッフル★

$$Re = D^2 \cdot N \cdot \rho \cdot \mu^{-1}$$

〔式中、 D 及び N は前記と同じ意味を表し、 ρ は反応液の密度、 μ は反応液の粘度を表す。但し、 ρ 及び μ は反

6

*【0015】好ましい反応温度はアルコール化合物の種類により異なるが、例えばアルコール化合物が一般式(3)

★を取り付けた反応容器を用いることもできる。この場合、反応容器に取り付けるバッフルは1〜2枚であることが好ましい。バッフルの幅と反応容器の径との比は通常0.005〜0.2である。バッフルはバッフルと反応容器の内壁面との間に間隔があつてもよく、又これらが密着していてもよい。攪拌翼は通常、反応容器の中心に、縦方向に設置された回転軸の下部に設けられる。攪拌翼として、例えば上記3枚インペラー後退翼を用いる場合、フィンガーが3段に取り付けられたバッフルを併用することもでき、このような攪拌翼はファウドラ翼という場合もある。又、攪拌翼として、例えば上記傾斜型パドル翼を用いる場合、当該翼における羽根の傾斜角(θ)は通常45°である。羽根の枚数についてはより好ましくは4枚である。傾斜型パドル翼を1段にする場合に、パドル翼の径と反応容器の径の比は通常0.3〜0.8である。反応容器の底部と傾斜型パドル翼下端とのクリアランス(隙間)は小さい方が良く、該クリアランスと反応容器の径との比は通常0.05〜0.2である。上述したように、反応容器底部が通常先細状に傾斜している場合は、上記クリアランスを小さくするために傾斜型パドル翼を複数段にするか、又は反応容器底部の形状に合わせて縦方向に幅広くすることもできる。

【0019】本発明は、反応液の表面更新速度(S)が0.1〜1.5 m^2/sec の範囲であること及び攪拌レイノルズ数(Re)が1〜10⁵ の範囲であることを特徴とするものであるが、好ましくは S が0.2〜1.5 m^2/sec の範囲であり且つ Re が1〜10⁴ の範囲である。反応液の表面更新速度が0.1 m^2/sec よりも小さいとエステル化反応速度が遅くなり、一方、表面更新速度が1.5 m^2/sec よりも大きいと攪拌負荷が増大する。又、表面更新速度が0.1〜1.5 m^2/sec の範囲であっても、攪拌レイノルズ数が1よりも小さいとエステル化反応速度が遅くなり、硫酸エステル化合物の収率及び純度等が低下する。

【0020】前記数式(I)を用いて表面更新速度を算出する際、動力数(Np)は、例えば攪拌翼が上記のファウドラ翼である場合、下記数式(III)

(III)

応液を構成する成分の加重平均値である。)等から求めた無次元の撹拌レイノルズ数に基づき、「FMP 028 DesignGuide for IMPELLER POWER NUMBER」(19*

$$Np = P / (\rho \cdot n_0^3 \cdot d^5)$$

〔式中、Pは動力、 ρ は反応液を構成する成分の加重平均密度(kg/m³)、 n_0 は撹拌速度(sec⁻¹)、dは翼径(m)を表す。〕で求めることもできる。

【0021】本発明の硫酸エステル化方法により得られる硫酸エステル化合物は、分子構造中に少なくとも1個のスルファート基を有するものである。本発明により得られる硫酸エステル化合物としては、例えば一般式

(1)



〔式中、R'は前記と同じ意味を有する。〕で示される化合物等が挙げられる。

【0022】反応終了後、反応混合物からの硫酸エステル化合物の単離は、中和、濾過、抽出、分液、洗浄、乾燥、濃縮及び蒸留等の通常の後処理操作により行われる。これらの硫酸エステル化合物は各種の工業製品又はその中間体、特に撈水撈油加工剤、ハロゲン化銀写真硬化剤、界面活性剤、染料、医薬及び農薬等の中間体として有用である。

【0023】

【発明の効果】本発明によれば、アルコール化合物の硫酸エステル化反応を工業的にも有利に行うことができる。

【0024】

【実施例】次に実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定されるものではない。例中の反応液量は留去水の半分量が反応系外へ除かれたときの値を表し、例中の%は、重量%であることを表す。

※

* 87年4月 FMP社発行)の第40頁図7.2等に記載されている補正曲線を用いて求められる。又、動力数(Np)は無次元数であり、下記数式(IV)

(IV)

※【0025】実施例1

図1に示す反応容器及び図2に示す3枚インペラー後退翼〔回転数155rpm;撹拌翼の径と反応容器の径(0.5m)との比=0.8〕を用いて、以下の硫酸エステル化を行った。反応容器の内部や撹拌翼等はガラスで被覆されている。式(III)により算出されるRe数は76.4であり、図3の補正曲線から求めたNpは1.05であった。又、式(I)における表面更新速度Sは0.55m²/secであった。反応容器にN-〔2-〔(2-ヒドロキシエチル)アミノ〕エチル〕オクタンアミド硫酸塩の水溶液(密度1.15g/cm³)90モルを仕込み、約50℃で98%硫酸約30kgを徐々に添加した。添加終了後、同温度で200mmHg迄減圧した。130℃迄昇温し、更に減圧にして水を反応系外へ除きながら、2時間反応させた。このときの原料N-〔2-〔(2-ヒドロキシエチル)アミノ〕エチル〕オクタンアミドの残存率は6.4モル%であった。発煙硫酸を少量追加して、更に30分反応させた。反応終了後、原料の残存率は1.6モル%であった。尚、反応液量は0.055m²であった。

【0026】実施例2及び3

N-〔2-〔(2-ヒドロキシエチル)アミノ〕エチル〕オクタンアミドの代わりに下記の表中に記載したアルコール化合物を用いる以外は、実施例1と同様にして硫酸エステル化を行った。各原料アルコール化合物の残存率は2モル%であった。

【0027】

【表1】

実施例No	原料アルコール化合物
2	アミノエチルー2-ヒドロキシエチルスルホン
3	N-〔2-〔(2-ヒドロキシエチル)アミノ〕エチル〕ヘキサンアミド

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法で用いられる反応容器の一例の略縦断面図

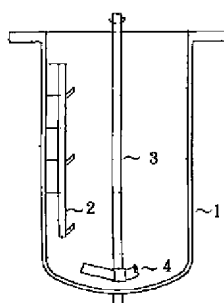
【図2】本発明の方法で用いられる撹拌翼の一例〔(a)は平面図、(b)は正面図〕

【図3】レイノルズ数と動力数との関係を示す補正曲線★

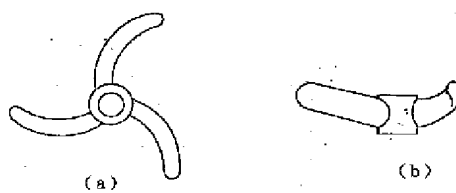
★【符号の説明】

- 1 反応容器
- 2 バッフル(邪魔板)
- 3 回転軸
- 4 ファウドラ-翼

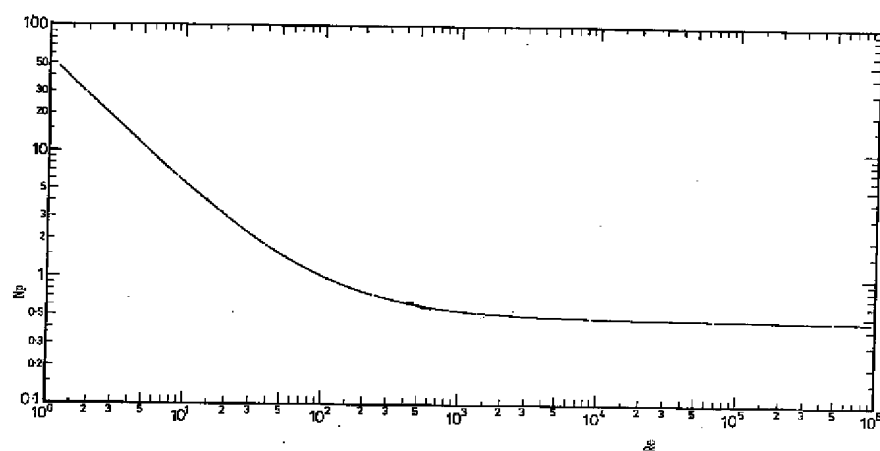
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

C 0 7 C 303/24

識別記号

庁内整理番号

7419-4H

F I

C 0 7 C 303/24

技術表示箇所

PAT-NO: JP409316047A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09316047 A
TITLE: SULFURIC ACID ESTERIFICATION
OF ALCOHOL COMPOUND
PUBN-DATE: December 9, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
ISHIBASHI, HIROSHI	
YOSHIKOSHI, KAZUMI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUMITOMO CHEM CO LTD	N/A

APPL-NO: JP08138524
APPL-DATE: May 31, 1996

INT-CL (IPC): C07C305/02 , B01F003/08 , B01F007/16 ,
B01J019/18 , C07B045/02 , C07C303/24

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To carry out the subject esterification through advantageously proceeding the reaction without being subjected to any hamper within each specific range of the surface renewal rate and the agitation Reynolds number of the reaction liquor.

SOLUTION: When a reaction is carried out between an alcohol

compound (pref. an amino alcohol) and a sulfuric acid esterification agent under agitation using an agitator in a reaction vessel while distilling off by-product water, the surface renewal rate of the reaction liquor calculated by the formula (S is the surface renewal rate of the reaction liquor; N_p is power number; N is agitation rate; (d) is the diameter of the blade of the agitator; D is the diameter of the reaction vessel; V is the volume of the reaction liquor) and the agitation Reynolds number of the reaction liquor are ensured to fall within ranges of $0.1-1.5 \text{ m}^2/\text{s}$ and $1-105$, respectively. It is preferably that the esterification is conducted in the absence of any organic solvent under reduced pressures, the blade of the agitator is of three-impeller swept-back type, and the reaction vessel is also mounted with a baffle in its longitudinal direction.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO